

N° d'enregistrement

au C.N.R.S. *A.O. 5107*

ARTICLE PRINCIPAL

Recouvrant en partie

LA THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES Physiques

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES

DE PARIS

par

B . CHAMPIN

pour obtenir

le grade de Docteur Es-Sciences

Sujet de la thèse : ETUDE DU COMPORTEMENT AU COURS D'UN TRAITEMENT DE TREMPÉ
DE LA FERRITE DELTA D'ALLIAGES BINAIRES ET PSEUDOBINAIRES.

Soutenus le 4 décembre 1970 devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAUDRON Président

C. GOUX

J. MONTUELLE Examineurs

J. OUDAR

N° d'enregistrement
au C.N.R.S.

A R T I C L E P R I N C I P A L

Recouvrant en partie

LA THESE DE DOCTORAT ES SCIENCES Physiques

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES
DE PARIS

par

B . CHAMPIN

pour obtenir

le grade de Docteur Es-Sciences

Sujet de la thèse : ETUDE DU COMPORTEMENT AU COURS D'UN TRAITEMENT DE TREMPÉ
DE LA FERRITE DELTA D'ALLIAGES BINAIRES ET PSEUDOBINAIRES.

Soutenue le 4 décembre 1970 devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAUDRON Président

C. GOUX

J. MONTUELLE Examineurs

J. OUDAR



Sur le comportement, au cours d'un traitement de trempe, de la ferrite delta d'alliages binaires et pseudobinaires^(*)

par B. CHAMPIN et C. GOUX (**)

INTRODUCTION

L'étude du comportement, au cours d'un traitement de trempe, de la ferrite δ d'alliages binaires a été particulièrement approfondie dans le cas d'alliages Fe-Cr (1, 2).

On a pu ainsi rattacher les phénomènes observés à la présence de la boucle γ du diagramme d'équilibre Fe-Cr. Celle-ci permet en effet de caractériser des teneurs limites en chrome séparant des ferrites de types I, II et III, dont le comportement s'est révélé différent. Cependant, la netteté des résultats obtenus dans la majorité des cas peut être altérée par l'apparition de phénomènes parasites dont nous avons pensé rapidement qu'ils sont liés à la présence d'impuretés, carbone et azote essentiellement.

L'étude d'autres ferrites binaires a donc été envisagée, en vue d'une généralisation des règles dégagées précédemment, et nous avons été amenés à choisir les ferrites Fe-Mo. En fait, les premiers résultats furent assez discordants et leur interprétation doit tenir compte de phénomènes nouveaux : en particulier l'influence des impuretés, entrevue dans le cas des alliages Fe-Cr, prend ici une importance considérable. Ainsi nous avons dû préciser tout d'abord les conditions de transformation des ferrites de type I : il nous a été alors nécessaire d'approfondir l'influence du carbone sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, aussi bien dans les alliages Fe-Cr que Fe-Mo. Mais il est à noter que ces impuretés, dont le rôle est prépondérant pour les ferrites de type I, affectent également le comportement des ferrites de

type II et particulièrement au voisinage des joints de grains : nous aurons l'occasion de préciser les phénomènes que nous avons ainsi mis en évidence.

En définitive, dans le présent mémoire, nous étudierons donc tout d'abord le comportement au cours d'un traitement de trempe, de ferrites δ de type I, Fe-Mo ou Fe-Cr, et teneurs variables en carbone. Nous serons ainsi conduits à préciser différentes modalités de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

Nous aborderons ensuite le comportement de ferrites de type II trempées à partir du domaine monophasé δ et nous examinerons plus spécialement l'influence des teneurs en impuretés au voisinage des joints de grains de la ferrite.

Enfin le cas des structures biphasées sera envisagé. Pour ces structures, le comportement propre à chacune des phases étant connu, nous montrerons que les régions voisines des joints interphases posent des problèmes très particuliers que nous avons rattachés à des phénomènes d'adsorption intergranulaire.

I. — COMPORTEMENT DES FERRITES δ DE TYPE I

Comme nous venons de le préciser, nous nous sommes préoccupés en premier lieu des ferrites δ de type I. Après avoir défini les alliages Fe-Mo de type I, II et III, nous avons montré que les ferrites de type I présentent généralement, lors d'une trempe à partir du domaine δ , un comportement semblable à celui des ferrites Fe-Cr. Cependant, lorsque leur teneur en carbone diminue, il apparaît des structures nouvelles dont nous tenterons d'expliquer la provenance.

(*) Communication présentée aux Journées d'Automne de la Société Française de Métallurgie, Paris (octobre 1967). Manuscrit remis le 17 mars 1969.

(**) Ecole Nationale Supérieure des Mines de St-Etienne — Département de Métallurgie — St-Etienne.

1. Comportement des ferrites Fe-Mo de type I.

Nous allons d'abord observer les divers comportements d'alliages Fe-Mo de type I, lors de trempe à l'eau à partir du domaine monophasé δ .

a) Classification des alliages Fe-Mo.

Une série d'alliages à différentes teneurs en molybdène a été élaborée au four à induction à partir de fer électrolytique et de molybdène pur. L'observation des structures obtenues par trempe à l'eau de ces alliages à partir de différentes températures nous a amenés à établir le diagramme Fe-Mo de la figure 1.

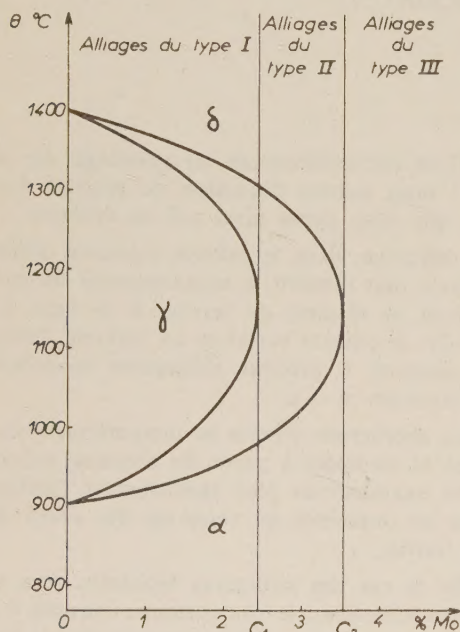


Fig. 1. — Diagramme pseudobinaire Fe-Mo. Définition des alliages de Types I, II et III.

Observons qu'il s'agit en fait d'un diagramme pseudo-binaire qui tient compte des teneurs en carbone et azote de nos alliages, respectivement de l'ordre de 40 à $70.10^{-4} \%$ et 150 à $200.10^{-4} \%$ (la teneur en azote relativement élevée est une conséquence de l'élaboration à l'air de nos alliages). Du reste, étant donné l'objectif de notre étude, nous n'avons pas cherché une grande précision dans la détermination de ce diagramme, qui n'est pour nous qu'un outil de travail. Comme dans le cas des alliages Fe-Cr, ce diagramme nous permet de classer les ferrites Fe-Mo en trois types : les alliages de type III, de teneur supérieure à $3,5 \%$ en poids, sont ferritiques à toute température et ils ne rentrent évidemment pas dans le cadre de cette étude. Les alliages de type II, de teneur comprise entre $2,3$ et

$3,5 \%$ présentent, pour un certain intervalle de température, une structure biphasée $\delta + \gamma$. Quant aux alliages de type I, de teneur inférieure à $2,3 \%$, ils présentent un domaine monophasé γ dans un certain intervalle de température.

b) Comportement d'alliages relativement riches en carbone et azote.

Tout d'abord, nous nous préoccupons des alliages à teneur relativement élevée en carbone (70 à $80.10^{-4} \%$). La ferrite δ d'un alliage à 2% de molybdène subit la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ et l'on obtient une martensite, structure de trempe de l'austénite (fig. 2). Ainsi la ferrite δ des alliages de type I ne peut être hypertremée et conservée à basse température : ce résultat est identique à celui que l'on obtient à partir des ferrites Fe-Cr de type I.

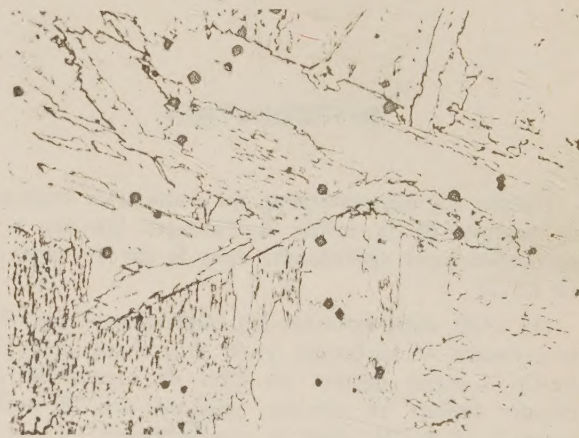
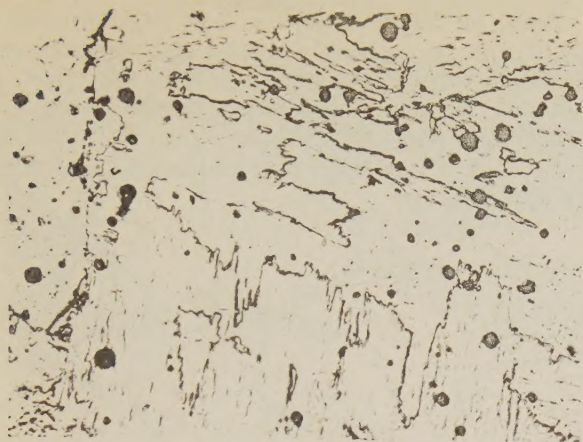


Fig. 2. — Alliage de Type I — Structure martensitique. Alliage Fe-Mo à 2% de Mo et $90.10^{-4} \%$ de C trempé à 1380°C ($\times 550$) (réduction de $1/5$ à la reproduction)

c) Comportement des alliages à basse teneur en carbone et azote.

Nous avons rencontré quelques difficultés lors de l'étude d'alliages à teneur en carbone plus faible que précédemment et nous avons cherché à préciser l'influence du carbone sur les structures obtenues.

L'observation d'un échantillon contenant 2% de molybdène et $40.10^{-4} \%$ de carbone, fait apparaître de grandes plages non aiguillées, assez semblables à de la ferrite (fig. 3 a). Bien plus, pour une teneur en carbone inférieure ($20.10^{-4} \%$), on obtient une structure d'aspect franchement ferritique (fig. 3 b). Mais si le faciès martensitique disparaît, l'aspect de la structure obtenue, par la taille de ses cristaux, leur forme arrondie et leurs joints de grains dentelés, diffère suffisamment d'une ferrite δ pour ne pas permettre de penser que celle-ci a pu être hypertremée. Examinons donc le processus de formation d'une telle structure.



a) Teneur en C : $40.10^{-4}\%$. Alliage trempé à $1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\times 400$)
(réduction de 1/5 à la reproduction)



b) Teneur en C : $20.10^{-4}\%$. Alliage trempé à $1370\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\times 400$)
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Fig. 3. — Alliages de Type I. Influence de la teneur en carbone.
Alliages Fe-Mo à 2 % de Mo.

2. Les transformations martensitique et massive.

Nous remarquerons d'abord que l'on obtient des structures identiques lors de la trempe d'alliages à basse teneur en impuretés à partir du domaine δ ou du domaine γ . Or de tels faciès ont été signalés, surtout dans les alliages Fe-Ni (3), mais aussi Fe-Cr et Fe-Si (4), comme structures de trempe d'austénites à très bas carbone. Pour expliquer ces phénomènes, il s'est avéré nécessaire d'introduire un nouveau type de transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, dite transformation « massive », qui a pour résultat une structure d'aspect ferritique dont les joints de grains sont très dentelés (3 à 11).

a) Processus cristallographique de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

Au cours d'un refroidissement rapide, on admet que

les transformations se produisent sans diffusion. En fait, il est nécessaire de préciser ce que l'on entend par diffusion (3, 7, 8). Les atomes doivent se déplacer, lors de la transformation, de leurs anciennes positions d'équilibre aux nœuds du réseau cubique à faces centrées, vers leurs nouvelles positions d'équilibre aux nœuds du réseau cubique centré. Il y a donc toujours déplacement d'atomes, mais on dit que la transformation est sans diffusion si le déplacement est très court, de l'ordre d'une distance inter-atomique. Dans ce cas, il peut s'effectuer très rapidement. Il est alors possible que tous les atomes d'un plan réticulaire se déplacent simultanément de la même quantité dans le même sens, ce qui provoque un cisaillement, d'où un changement de forme de l'échantillon : c'est la transformation martensitique. Au contraire, la transformation « massive » se produit par déplacement très rapide d'une interface incohérente, chaque atome se déplaçant indépendamment de ses voisins. Elle n'affecte pas la forme de l'échantillon.

b) Structures obtenues par les transformations massive et martensitique.

Lors d'une transformation $\gamma \rightarrow \alpha$, les deux mécanismes que nous venons d'étudier peuvent intervenir séparément ou s'associer. On obtient ainsi trois types de structures.

Structure purement martensitique, d'aspect aiguillé

La transformation suit un processus purement martensitique chaque plan glissant par rapport à ses voisins. On obtient une structure d'aiguilles finement maclées et on observe en général de l'austénite résiduelle (3,8). La martensite obtenue est quadratique ($c/a \neq 1$). La figure 4 représente à titre d'exemple un alliage Fe-Mo à 4,3 % de molybdène enrichi en carbone par cémentation et qui présente une structure de ce genre.

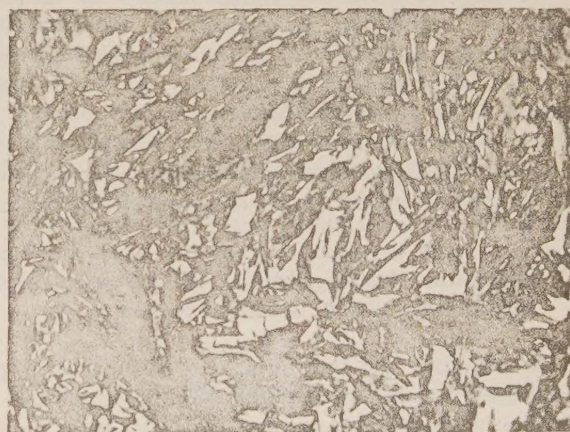


Fig. 4. — Structure martensitique vraie. Alliage Fe-Mo à 4,2 % de Mo cémenté et trempé à $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($\times 1700$)
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Structure mixte dite martensite massive

La transformation débute par un cisaillement de type martensitique, mais se poursuit perpendiculairement au plan de glissement par transformation « massive ». On observe donc des plaquettes ferritiques cubiques ($c/a = 1$) séparées par des plans de cisaillement (fig. 2). Cette structure peut être observée au microscope électronique sur répliques de carbone (fig. 5).

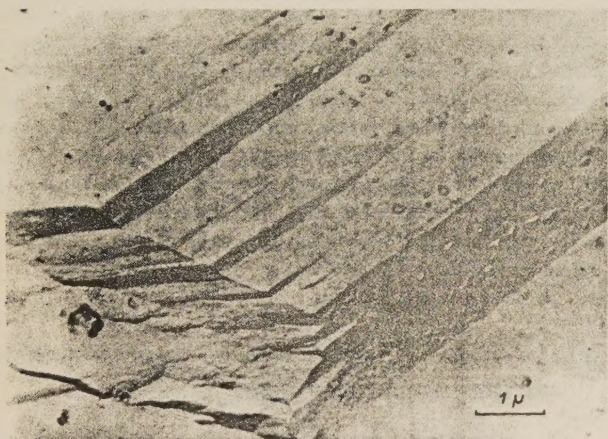


Fig. 5. — Structure martensitique massive. Echantillon de la figure 2. Réplique de carbone (X 8.000) (réduction de 11/27 à la reproduction)

Structure purement massive dite ferrite équiaxe

Le développement des cristaux d'aspect ferritique se fait dans toutes les directions (d'où le nom de « ferrite équiaxe »). La rencontre de deux interfaces progressant en sens inverses marque la fin de la transformation et crée un joint de grain très irrégulier et très dentelé (fig. 3 b).

Transition entre martensite massive et ferrite équiaxe

Par suite de leurs très faibles teneurs en carbone, aucun de nos alliages ne présente de transformation martensitique pure. Par contre, nous rencontrerons souvent la martensite « massive » ou la « ferrite équiaxe ». En fait nous observons le plus souvent les deux faciès sur le même échantillon, le type de transformation dépendant étroitement des conditions locales de teneur en carbone et de vitesse de refroidissement.

c) Influence des conditions de trempe sur le mécanisme de la transformation.

Le processus de transformation martensitique par cisaillement nécessitant une plus grande énergie que la transformation massive, se produit à plus basse température (hystérésis plus grande à la transformation) : il est donc favorisé par une vitesse de refroidissement élevée.

Ainsi, un alliage Fe-Mo à 2 % de molybdène et 80.10^{-4} % de carbone donne-t-il une structure martensitique massive par trempe à l'eau (fig. 2) et une structure ferritique équiaxe par trempe à l'air : les grains sont alors assez réguliers (fig. 6) et seule la présence de « sous grains » atteste l'origine austénitique de cette structure.

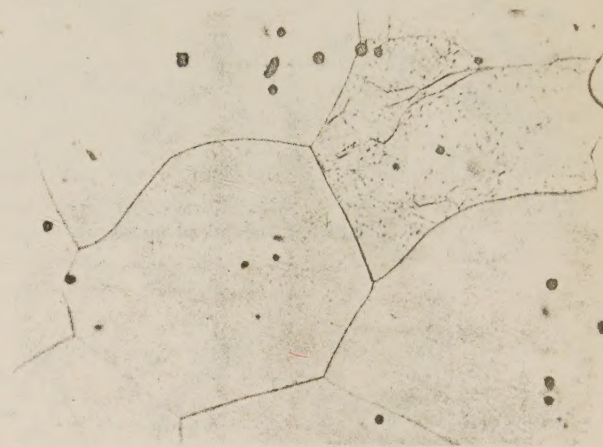


Fig. 6. — Structure ferritique équiaxe. Alliage Fe-Mo à 2 % de Mo et 75.10^{-4} % de C trempé à 1150°C à l'air (X 600) (réduction de 1/5 à la reproduction)

d) Influence de la teneur en carbone.

C'est la différence des teneurs en carbone et azote entre les divers alliages élaborés qui nous a amenés à considérer les différentes structures de trempe de l'austénite et nous avons constaté que, même à très faibles teneurs, les impuretés ont une grande influence sur la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$.

Nous avons étudié plus particulièrement le rôle du carbone sur les alliages Fe-Cr. Les structures équiaxes ne sont pas apparues dans les études précédentes (1, 2) parce que les teneurs en impuretés des alliages alors élaborés étaient trop importantes. Mais on peut obtenir des échantillons à très faibles teneurs en carbone (inférieures à 5.10^{-4} %) par des maintiens prolongés sous vide ou sous argon en phase δ (2).

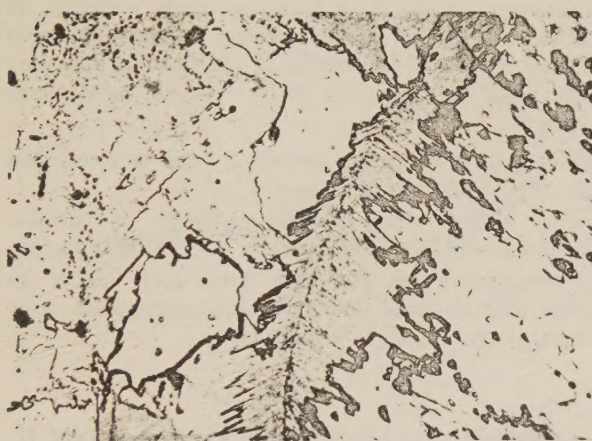
Une étude a été faite sur un alliage contenant 8 % de chrome, qui donne des résultats particulièrement nets. Pour une teneur en carbone de 70.10^{-4} %, on obtient (fig. 7 a) une structure typiquement martensitique de dureté Vickers $\text{HV}_{20} = 260$. Pour 16.10^{-4} % (fig. 7 b), la structure est moins aiguillée, les plans de cisaillement sont moins nombreux, plus espacés, mais la dureté est peu inférieure : $\text{HV}_{20} = 240$. A plus faible teneur en carbone (10.10^{-4} %) on obtient (fig. 7 c) une structure hétérogène qui devient purement ferritique pour 8.10^{-4} % (fig. 7 d). La dureté est alors voisine de celle d'une ferrite ($\text{HV}_{20} = 150$).



a) Teneur en C : $70.10^{-4} \%$ (X 200).
(réduction de 1/5 à la reproduction)



b) Teneur en C : $16.10^{-4} \%$ (X 400).
(réduction de 1/5 à la reproduction)



c) Teneur en C : $10.10^{-4} \%$ (X 400).
(réduction de 1/5 à la reproduction)



d) Teneur en C : $8.10^{-4} \%$ (X 400).
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Fig. 7. — Influence de la teneur en carbone sur la structure d'alliages Fe-Cr à 8 % de chrome trempés à 1400 °C.

e) Conclusion.

La transformation « massive » est donc une transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ qui intervient dans des alliages à très basse teneur en carbone. Pour une teneur en carbone donnée, elle se produit de préférence à la transformation martensitique pour les valeurs les plus faibles de la vitesse de refroidissement.

Nous avons également observé qu'elle se manifeste plus facilement lorsque la température de maintien en phase austénitique est basse.

3. Généralisation des règles de transformation des ferrites de type I.

Sachant que l'abaissement de la teneur en carbone peut modifier la structure obtenue par trempe d'une austénite et la faire passer du type martensite massive au type ferrite équiaxe, il nous est facile maintenant

de concilier les observations que nous avons faites. Dans tous les cas, aussi bien pour les alliages Fe-Mo que Fe-Cr, la ferrite de type I ne peut être hyper-trempée : elle se transforme d'abord en austénite, même si le refroidissement est rapide; les différences observées dans les structures obtenues après refroidissement complet dépendant en fait de la transformation ultérieure de l'austénite, conduisant suivant les cas, et en particulier suivant la teneur en carbone, à une martensite massive ou à une ferrite équiaxe.

II. — COMPORTEMENT DES FERRITES δ DE TYPE II

Nous avons montré dans la première partie de notre étude que les ferrites au molybdène de type I subissent la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ même au cours de refroi-

dissements très rapides (trempe à l'eau par exemple). Nous avons d'autre part précisé qu'à ce point de vue, l'analogie entre les alliages Fe-Mo et Fe-Cr est complète. Il est donc naturel de nous préoccuper maintenant du comportement des ferrites de type II. Comme ci-dessus, nous aurons à examiner l'influence du carbone, mais contrairement au cas précédent, nous examinerons d'abord le comportement d'alliages à très faible teneur en carbone. Nous serons amenés, ici également, à faire un parallèle entre les alliages Fe-Cr et Fe-Mo.

1. Etude des ferrites à très basse teneur en carbone.

Comme pour les alliages Fe-Cr, la trempe à l'eau d'une ferrite δ Fe-Mo de type II permet d'hypertremper cette ferrite. La figure 8 montre, par exemple, la structure de trempe d'un alliage à 2,8 % de molybdène et 40.10^{-4} % de carbone. La comparaison de cette micrographie avec celles des figures 3 a et 3 b, montre bien la différence des structures, et prouve que seule la ferrite δ de type II a pu être hypertrempée.

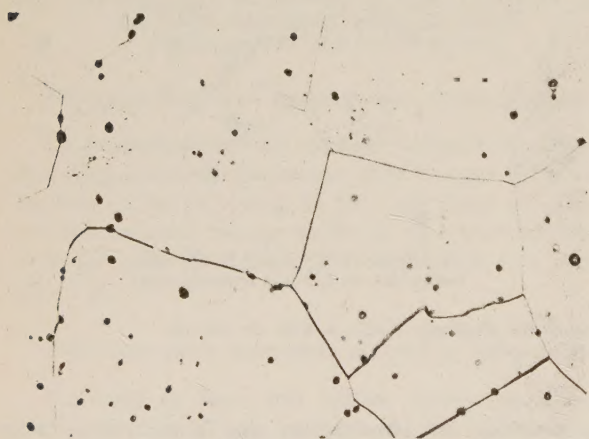


Fig. 8. — Alliage de Type II — Ferrite δ . Alliage Fe-Mo à 2,8 % Mo et 75.10^{-4} % de C trempé à 1350°C (X 400).
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Nous avons obtenu des résultats identiques avec tous les alliages Fe-Mo de type II, aussi voisins soient-ils de la limite C_1 , à condition toutefois que leur teneur en carbone soit suffisamment faible.

2. Modification du type de l'alliage par introduction de carbone.

Nous avons observé précédemment que la position des courbes du diagramme pseudobinaire de la figure 1 dépend de la teneur en impuretés et notamment en carbone. Il en résulte qu'une ferrite peut appartenir au type I ou II suivant sa teneur en carbone.

D'une manière plus précise, si nous prenons un alliage Fe-Mo pur, dont la ferrite est de type I, il présente une structure entièrement austénitique dans un certain intervalle de température. L'addition d'une petite quantité de carbone ne peut qu'élargir cet intervalle et l'alliage reste donc de type I.

Par contre, l'addition de carbone à un alliage de type II peut le faire devenir de type I. Nous avons été amenés à étudier de tels alliages en nous limitant à des teneurs légèrement supérieures à C_1 : ainsi les teneurs en carbone nécessaires pour faire passer l'alliage d'un type à l'autre étaient suffisamment réduites pour que les phénomènes ne soient pas altérés par l'éventuelle formation de carbures.

Par exemple, un alliage à 2,4 % de molybdène et 70.10^{-4} % de carbone est de type I. Sa ferrite δ subit la transformation $\delta \rightarrow \gamma$ après un maintien en phase δ suffisamment court. Si le maintien a été prolongé, la décarburation qui en résulte presque inmanquablement permet d'éviter d'hypertremper la ferrite ainsi obtenue : en effet avec une teneur de 30.10^{-4} % elle est devenue de type II.

En fait, nous avons été amenés à faire la distinction entre deux catégories d'alliages à savoir :

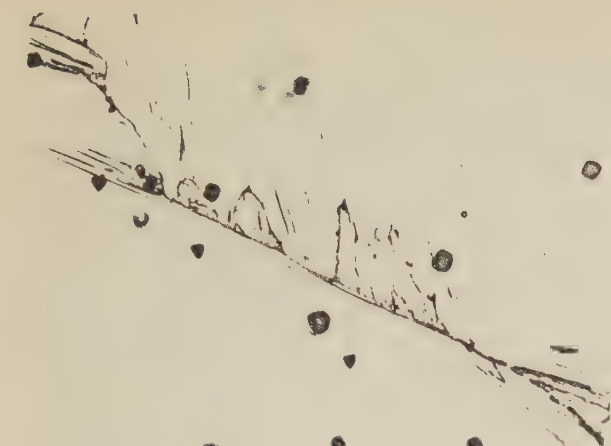
- les alliages dans lesquels l'addition de carbone est restée insuffisante pour modifier le type de la ferrite;
- les alliages qui, par suite d'une forte teneur en carbone sont devenus de type I (par commodité nous les nommerons : alliages « hybrides »).

3. Transformation partielle des ferrites de type II.

Nous avons vu précédemment que les ferrites de type II à faible teneur en carbone peuvent être hypertrempées par trempe à l'eau. La quantité de carbone que l'on peut ajouter à un alliage sans que ce phénomène soit modifié est d'autant plus grande que sa teneur en élément d'alliage est plus éloignée de C_1 . Par conséquent, des teneurs faibles en carbone suffisent pour modifier le comportement d'un alliage à teneur très peu supérieure à C_1 .

Considérons par exemple le cas d'un alliage de teneur 2,4 % de molybdène. Nous avons déjà souligné qu'avec 30.10^{-4} % de carbone, la ferrite δ de cet alliage peut être hypertrempée. Par contre, avec une teneur, très légèrement supérieure (40.10^{-4} %, par exemple) la structure obtenue par le même traitement n'est pas entièrement ferritique. La figure 9 a montré que les zones intergranulaires ont été le siège d'une transformation limitée, mais bien visible. Les aiguilles d'austénite ainsi formées par transformation $\delta \rightarrow \gamma$ ont d'ailleurs subi une transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ massive qui rend leur mise en évidence difficile.

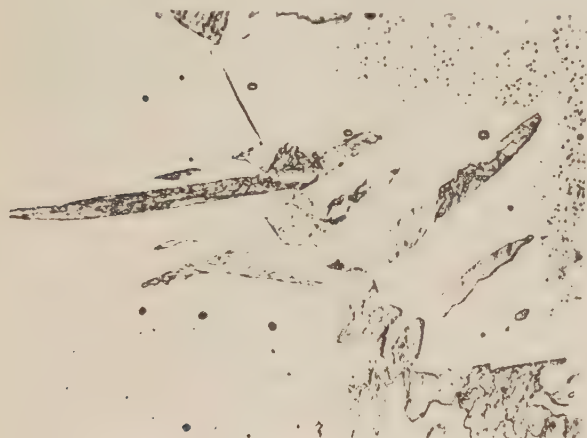
Ce phénomène de transformation partielle aux joints de grains apparaît très couramment dans les alliages Fe-Cr et pour des raisons de commodité expérimentale



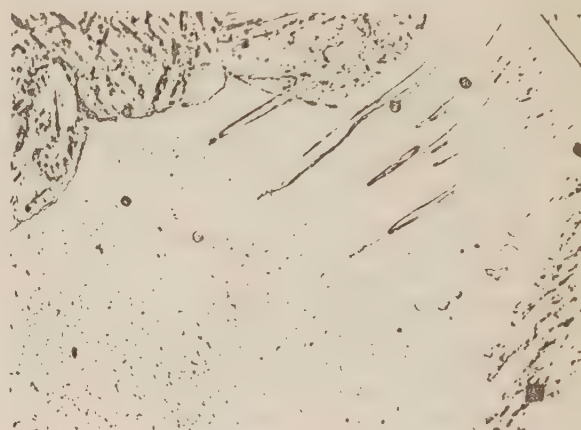
a) Ferrite Fe-Mo de Type II. Aiguilles d'austénite — Alliage Fe-Mo à 2,4 % de Mo et $70 \cdot 10^{-4}$ % de C trempé à 1300 °C (X 550)
(réduction de 1/5 à la reproduction)



b) Ferrite Fe-Cr de Type II. Aiguilles d'austénite — Alliage Fe-Cr à 12 % de Cr et $100 \cdot 10^{-4}$ % de C trempé à 1400 °C (X 400)
(réduction de 1/5 à la reproduction)



c) Même échantillon que figure 9 b : présence de précipités (X 400)
(réduction de 1/5 à la reproduction)



d) Ferrite Fe-Cr de Type I. Ferrite hypertrempée — Alliage Fe-Cr à 10,7 % de Cr et $80 \cdot 10^{-4}$ % de C trempé à 1400 °C (X 400).
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Fig. 9. — Transformations partielles.

ce sont ces alliages que nous avons choisis pour la suite de notre étude : les aiguilles sont le plus souvent de structure martensitique ce qui facilite leur observation (fig. 9 b).

a) Conditions d'apparition de la transformation intergranulaire.

Lorsque la teneur globale en carbone d'un alliage s'élève, la ségrégation de cet élément aux joints de grains s'accroît très probablement et dans ces conditions, il est assez naturel qu'une transformation $\delta \rightarrow \gamma$ puisse s'amorcer exactement dans les joints enrichis en carbone.

Il est également normal d'admettre que les zones transformées apparues aux joints de grains peuvent se propager à l'intérieur par un processus martensitique du fait de leur structure aiguillée. Cependant la raison

pour laquelle ces aiguilles ne se développent pas complètement à l'intérieur des grains n'apparaît pas clairement. Or, en examinant les plages ferritiques (fig. 9 c), on voit que les zones immédiatement voisines des aiguilles sont exemptes des très fins carbures (ou carbonitrures) visibles dans la ferrite à plus grande distance. Nous en avons déduit que la présence d'austénite entraîne très rapidement, dès que cette phase est formée, un appauvrissement en carbone de la ferrite voisine : dans ces conditions un phénomène de diffusion du carbone de la ferrite vers l'austénite apparaît comme essentiel.

b) Suppression de la transformation partielle par refroidissement très rapide.

Pour prouver l'intervention d'un phénomène de diffusion lors de la transformation partielle de la ferrite δ

aux joints de grains, nous avons eu recours à un procédé de trempe rapide destiné à limiter, sinon à supprimer la diffusion.

De nombreuses observations nous ont prouvé l'importance, dans l'apparition des transformations partielles, de la vitesse de refroidissement dès le début de la trempe.

Aussi avons-nous construit un appareil de trempe particulier. Dans ce dispositif l'échantillon est un fil en forme de V chauffé par effet Joule direct, sous protection d'argon, dans une enceinte pouvant être remplie très rapidement par le liquide de trempe. Celui-ci atteint donc tout d'abord le nez du V sur lequel est soudé le thermocouple de mesure de la température. Le niveau du liquide est détecté par une électrode qui permet de commander l'arrêt du chauffage, soit au moment même de la trempe, soit légèrement avant, imposant un début de refroidissement à l'air plus ou moins long.

Grâce à ce dispositif, nous avons obtenu un refroidissement très brutal surtout dans les premiers instants de la trempe. Ainsi avons-nous pu supprimer totalement la transformation partielle : il nous semble donc bien que cette dernière implique un phénomène de diffusion.

c) Mécanisme de la transformation partielle.

Sans prétendre expliquer complètement les phénomènes de formation d'aiguilles aux joints de grains, nous pensons toutefois pouvoir les rattacher à l'interprétation suivante, qui fait évidemment jouer au phénomène de diffusion un rôle essentiel.

Initialement, du fait de la ségrégation intergranulaire du carbone, une très petite quantité de ferrite, très voisine du joint de grains, est de type I. Elle se transforme en austénite qui, en l'absence de diffusion, serait en quantité très réduite et resterait pratiquement invisible. Si, par contre, l'austénite peut s'enrichir en carbone par diffusion, aux dépens de la ferrite voisine, elle s'étendra progressivement. Mais dans sa progression, elle abordera des zones de ferrite de plus en plus appauvries en carbone et la transformation s'arrêtera lorsque la teneur en carbone sera devenue inférieure à une certaine limite.

Cependant, il est difficile de rendre compte, par un simple phénomène de diffusion, de la progression du joint $\delta \rightarrow \gamma$ à l'intérieur d'une ferrite de type II : en effet, immédiatement en avant du front de progression de l'austénite, la ferrite est appauvrie en carbone et l'on ne comprend pas immédiatement pourquoi elle se transforme en austénite. Or nous verrons par la suite (cf. § III, 4) que l'étude de structures biphasées nous a conduits à mettre en cause l'influence des joints interphases sur la répartition du carbone en leur voisinage. Par un phénomène d'adsorption du carbone, la ferrite très proche du joint peut devenir de type I et la progression de l'austénite est ainsi assurée.

4. Transformation des ferrites hybrides.

Nous avons désigné par ferrites « hybrides » les ferrites de type I, qui seraient de type II en l'absence de carbone. Nous n'avons pas étudié ces alliages de manière très complète, mais il semble bien qu'une trempe très rapide amène leur transformation totale en martensite. Au contraire, dans les essais que nous avons effectués, le refroidissement, au moins au début, lors de la sortie du four, était relativement lent et, comme dans le cas précédent, des phénomènes de diffusion sont probablement intervenus. La figure 9 d montre l'une des structures obtenues. On remarque d'abord les aiguilles résultant d'une transformation amorcée aux joints de grains : elles sont bordées par la zone dépourvue de carbures signalée précédemment et dans laquelle nous voyons la preuve de l'intervention d'un phénomène de diffusion.

Nous observons d'autre part des « rognons » de martensite également bordés d'une zone claire sans carbures, dont le mécanisme de formation semble différent : la ferrite, de type I, s'est transformée à l'intérieur des grains. Le processus de diffusion, qui appauvrit en carbone les zones ferritiques au contact de l'austénite, les fait devenir de type II, ce qui permet d'expliquer l'arrêt de la transformation. Il y a lieu de penser qu'un refroidissement plus rapide empêcherait la diffusion et conduirait à une transformation totale.

Il semble en outre que le processus cristallographique de formation des rognons par transformation $\delta \rightarrow \gamma$ ne soit pas identique à celui de la formation des aiguilles intergranulaires : ces deux phénomènes présentent respectivement des analogies avec les transformations massive et martensitique.

5. Conclusion.

En définitive, il apparaît qu'une trempe suffisamment rapide d'une ferrite δ de type II permet toujours d'empêcher la transformation de cette ferrite au cours du refroidissement. Nous avons interprété les phénomènes de transformations partielles à l'aide de la ségrégation du carbone faisant passer localement la ferrite du type II au type I. Nous avons d'autre part montré que la diffusion très rapide du carbone joue très vraisemblablement un rôle important dans ces phénomènes de transformations partielles.

III. — COMPORTEMENT DES STRUCTURES BIPHASÉES

Nous avons observé que les comportements des ferrites de type I ou II au cours de la trempe à l'eau sont nettement distincts : la ferrite de type I se transforme en austénite, puis en martensite ou en ferrite

équiaxe; la ferrite de type II peut être hypertrempée. Chaque type étant défini par sa teneur en élément d'alliage, le problème s'est posé de savoir si cette différence de comportement subsistait même pour des ferrites de compositions très voisines, situées de part et d'autre de la limite C_1 séparant les deux types. Ceci a effectivement pu être prouvé aisément, dans le cas des alliages Fe-Cr, par la trempe de structure biphasée (1, 2). Toutefois les phénomènes de transformations partielles mis en évidence à cette occasion nous ont incités à en faire une étude approfondie.

1. Influence de la température sur les structures biphasées.

Dans certains alliages de type I présentant une structure biphasée $\gamma + \delta$, la ferrite peut être de type I ou II suivant la température de maintien. La figure 10 en donne un exemple. A la température T_1 du point P_1 , il est clair que la ferrite est de type I (point F_1); elle est de type II (point F_2) si le métal est maintenu à la température T_2 du point P_2 .

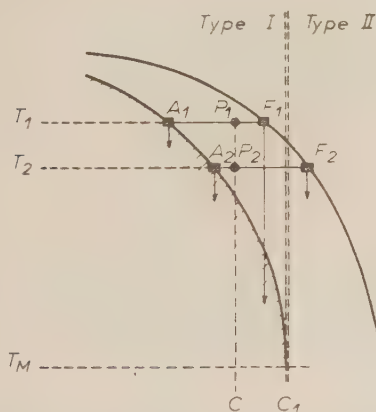


Fig. 10. — Diagramme binaire partiel : mise en évidence de deux types de structures biphasées.

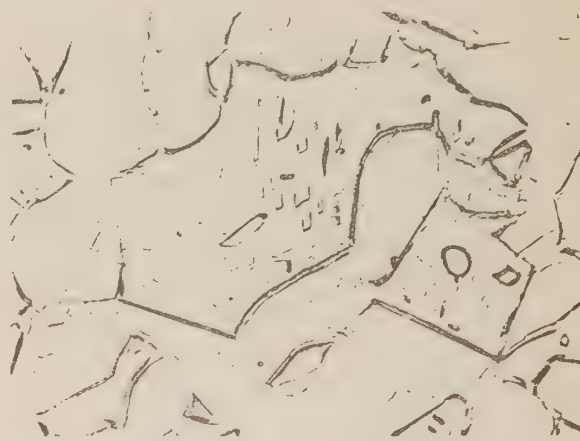
L'expérience a montré (1, 2) que de faibles variations de la température de trempe de part et d'autre de T_0 entraînent un changement radical de comportement de la ferrite qui peut être directement associé au passage d'un type à l'autre. Ainsi, dans une structure austéno-ferritique, une ferrite de type II sera hypertrempée (fig. 11 a) alors qu'une ferrite de type I se transformera en austénite, puis, comme l'austénite voisine, en martensite (fig. 11 b).

2. Apparition de transformations partielles.

La netteté de la transition dont nous venons de faire état se traduit, dans le cas d'une structure biphasée dont la ferrite est de type II, par une limite bien nette entre la ferrite δ et la martensite issue de l'austénite (fig. 11 a).



a) Austénite + Ferrite de Type II. Alliage Fe-Cr à 12,2 % de Cr trempé à 1100 °C (X 800)
(réduction de 1/5 à la reproduction)



b) Austénite + Ferrite de Type I. Alliage Fe-Cr à 10,5 % de Cr trempé à 1200 °C (X 800).
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Fig. 11. — Structures biphasées

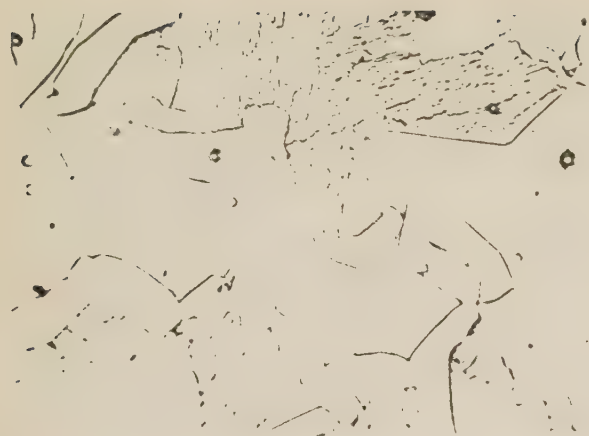
Cependant, on observe également de manière très fréquente un aspect différent, dans lequel un liséré plus ou moins large sépare les deux phases : la structure de ce liséré peut être soit ferritique (fig. 12 a), soit martensitique (fig. 12 b). Nous avons cherché à expliquer la formation de ces zones intermédiaires.

3. Différences entre lisérés ferritique et martensitique.

Deux sortes de lisérés apparaissent aux joints austéno-ferritiques. Nous allons examiner les conditions d'apparition et les caractéristiques de chacun d'eux.

a) Le liséré ferritique.

Dans les alliages où il est observé, le liséré ferritique apparaît pour toutes les températures de maintien, que la structure biphasée initiale soit $\gamma + \delta$ ou $\gamma + \alpha$.



a) Liseré ferritique. Alliage Fe-Mo à 2,4 % de Mo trempé à 1250 °C (X 550).
(réduction de 1/5 à la reproduction)



b) Liseré martensitique. Alliage Fe-Cr à 12,2 % de Cr trempé à 1220 °C (X 800).
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Fig. 12. — Structures biphasées présentant un liseré.

De plus, l'analyse à la microsonde électronique prouve que la teneur en élément d'alliage de ce liseré est la même que celle de la martensite voisine, très inférieure à celle de la ferrite environnante. Ce liseré est donc le résultat de la transformation non martensitique de l'austénite. Ajoutons qu'il est sensiblement plus étendu lorsque la vitesse de trempe ou la teneur en carbone diminue : nous retrouvons ici les caractéristiques d'une transformation massive.

b) Le liseré martensitique.

A la différence du précédent, le liseré martensitique n'apparaît qu'aux températures de maintien supérieures à celle correspondant au nez des boucles γ du diagramme d'équilibre.

De plus, la teneur en élément d'alliage de ce liseré, mesurée à la microsonde électronique, est la même

que celle de la ferrite δ hypereutectique voisine, très supérieure à celle de la martensite qu'il entoure. Ce liseré est donc le résultat de la transformation en austénite, puis en martensite, de la ferrite voisine du joint $\delta-\gamma$.

Il faut observer que le liseré martensitique apparaît sur les mêmes alliages que les aiguilles de transformation partielle étudiées plus haut (cf § II.3). Une cause commune aux deux phénomènes est donc probable.

Contrairement au liseré ferritique, la vitesse de trempe ne semble pas affecter le liseré martensitique. En effet on n'a pu empêcher sa formation même par l'essai de trempe rapide qui, nous l'avons vu (cf § II 3, b), supprime l'apparition des aiguilles de transformation partielle.

Ainsi un phénomène de diffusion ne permet pas d'interpréter la formation du liseré martensitique comme précédemment celle des aiguilles. Cependant il est certain que les impuretés jouent un rôle prépondérant dans ces phénomènes (2).

c) Discussion.

Nous avons donc étudié comment apparaissent les liserés ferritiques et martensitiques. Mais la cause profonde de leur présence au voisinage du joint de grains austéno-ferritique n'a pu être révélée par l'expérience.

4. Hypothèses.

Pour expliquer l'apparition des liserés ferritiques et martensitiques de part et d'autre des joints de grains austéno-ferritiques, nous avons été amenés à émettre les deux hypothèses suivantes :

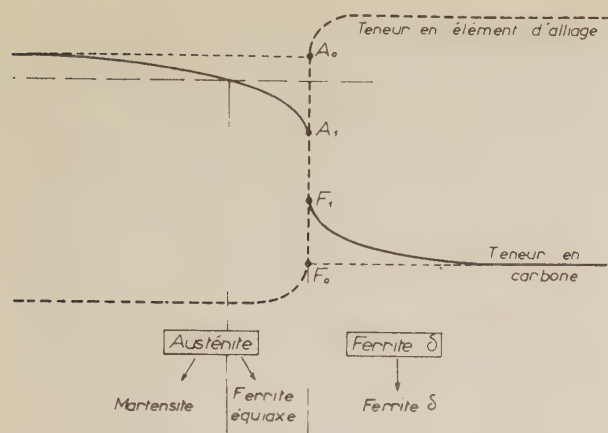
1^{re} hypothèse

En premier lieu nous avons pensé que les phénomènes d'adsorption aux surfaces interphases, qui ont été étudiés en particulier par Gibbs, peuvent entraîner des variations de composition sensibles à une certaine distance du joint austéno-ferritique. Les figures 13 a et 13 b montrent ainsi ce que pourraient être les variations des teneurs en élément d'alliage et en carbone au passage d'une phase à l'autre.

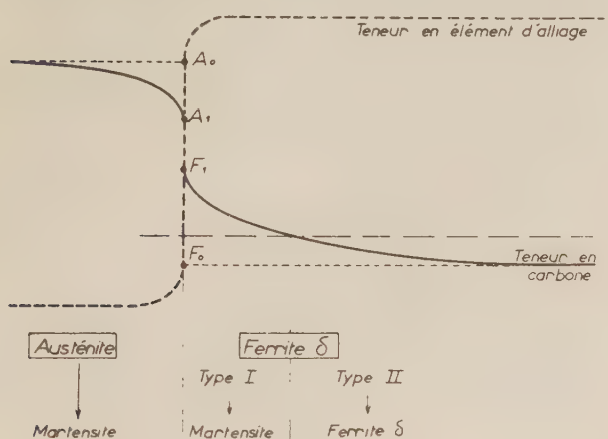
On voit que la teneur en élément d'alliage, constante à l'intérieur de chaque phase, varie brusquement au niveau du joint de grain. On vérifie ce fait par analyse linéaire à la microsonde électronique. Au contraire la teneur en carbone subit d'une part une discontinuité au niveau du joint, et d'autre part une variation sensible à l'intérieur de chacune des phases de part et d'autre de ce joint.

2^e hypothèse

D'autre part, l'ensemble de nos observations nous a conduits à admettre que pendant le refroidissement chaque point du métal évolue en fonction de sa propre



a) Joint donnant lieu à la formation d'un liseré ferritique.



b) Joint donnant lieu à la formation d'un liseré martensitique.

Fig. 13. — Indication schématique des compositions au voisinage des joints austéno-ferritiques.

composition et n'est pas influencé par l'éventuelle transformation du métal situé en son voisinage immédiat.

5. Interprétation des structures observées.

Les deux hypothèses précédentes nous ont alors permis d'interpréter sans difficulté la totalité des résultats que nous avons obtenus par trempe à l'eau de structures biphasées.

a) Liseré martensitique.

Au contact d'un cristal d'austénite, un grain de ferrite δ de type II peut présenter une bordure de type I par suite de l'enrichissement en carbone dû au phénomène d'adsorption (fig. 13 b). Au cours de la trempe, il se formera donc un liseré austénitique qui se transformera en martensite si la teneur en carbone est suffisante. C'est ce que l'on observe couramment dans les alliages Fe-Cr (fig. 12 b) (1, 2).

b) Liseré ferritique.

Dans les mêmes conditions, mais avec une teneur en carbone suffisamment faible, seul l'intérieur du grain d'austénite est assez riche en carbone pour pouvoir subir la transformation martensitique (fig. 13 a). Par contre, au voisinage de la ferrite, une bordure d'austénite à teneur en carbone plus faible donnera une ferrite équiaxe par transformation massive (cf § I, 2, d) : d'où le liseré ferritique très fréquent dans les alliages Fe-Mo (fig. 12 a).

c) Structure à quatre phases.

Les deux phénomènes précédents apparaissent à des instants différents au cours du refroidissement : ils peuvent se superposer, donnant alors les structures à 4 phases des figures 14 a et 14 b. Entre la martensite

a) Alliage Fe-Cr à 10,7 % de Cr trempé à 1250 °C (X 400).
(réduction de 1/5 à la reproduction)b) Alliage Fe-Mo à 2,4 % de Mo trempé à 1300 °C (X 550).
(réduction de 1/5 à la reproduction)

Fig. 14. — Structures à quatre phases.

provenant de la transformation de l'austénite et la ferrite δ hypertremée, la ferrite δ enrichie en carbone (et de ce fait transformée en austénite) donne naissance à deux lisérés correspondants :

— l'un à la zone suffisamment riche en carbone pour subir la transformation martensitique,

— l'autre à la bordure plus pauvre en carbone qui a subi la transformation massive.

6. Conclusion.

L'interprétation aisée des structures observées nous semble justifier les hypothèses faites, et en particulier l'influence des joints interphases sur la composition du métal en leur voisinage. A cet égard, nous remarquerons que cette influence se ferait sentir à des distances bien supérieures à ce qui est couramment admis : mais de nombreuses observations récentes tendent à montrer qu'il en est bien ainsi (12 à 19).

Nous constatons d'autre part que notre étude des structures biphasées n'a pas contribué à prouver, dans le cas des alliages Fe-Mo, la netteté de la transition entre les comportements des ferrites de type I et II. En effet, des transformations partielles apparaissent dans de très nombreux cas : on a pu montrer que les impuretés en étaient responsables, mais l'étude d'alliages plus purs n'a pas permis de conclure ; en effet, dans ces alliages, l'austénite se transforme en ferrite équiaxe par transformation massive et il est difficile, voire impossible, de différencier cette structure d'une ferrite δ hypertremée : que la ferrite se soit ou non transformée en austénite pendant son refroidissement, on obtient toujours des structures presque identiques.

CONCLUSION

Au cours de notre travail nous nous sommes attachés d'abord à étudier si la distinction introduite à propos des alliages Fe-Cr entre les ferrites de type I, II ou III conserve le même intérêt pour les alliages Fe-Mo. D'autre part, nous nous sommes efforcés d'élucider l'origine des lisérés apparaissant en bordure des joints interphases lorsqu'on trempe certains alliages biphasés.

En définitive, nous avons pu conclure qu'une complète similitude existe entre les alliages Fe-Cr et Fe-Mo. Dans tous les cas, une ferrite δ de type I subit deux transformations successives au cours de la trempe : la première donne de l'austénite ; la seconde est la transformation de l'austénite au cours du refroidissement à la température ambiante.

Le résultat des deux transformations successives de la ferrite de type I peut conduire à deux structures différentes. Mais ce phénomène est indépendant de la

transformation de la ferrite δ en austénite : il tient à ce que, suivant les circonstances, la phase austénitique intermédiaire donne lieu à deux types de transformation. Dans le premier cas, l'austénite subit une transformation dite « massive » et donne une ferrite équiaxe ; dans le second, un processus martensitique s'associe à la transformation massive et donne une martensite « massive », habituellement très différente de la ferrite équiaxe. Pour une austénite donnée, l'augmentation de la température de trempe ou de la vitesse de refroidissement favorisent l'apparition de la martensite « massive » et il en est de même, pour des conditions de trempe données, lorsqu'on augmente la teneur en carbone. Ces phénomènes apparaissent dans les alliages Fe-Mo plus facilement que dans les alliages Fe-Cr car, pour ces derniers, les limites de teneurs en carbone, au voisinage desquelles la structure de trempe d'une austénite peut changer, sont particulièrement basses et de l'ordre de $10.10^{-4} \%$.

Bien que nous n'ayons pas pu en apporter une preuve directe indiscutable pour les alliages Fe-Mo, il est très vraisemblable que pendant la trempe d'un alliage à structure austéno-ferritique, le comportement de la ferrite δ obéit aux mêmes règles et qu'elle se transforme ou non suivant qu'elle est de type I ou II. Ce phénomène a pu être observé de manière sûre pour divers alliages Fe-Cr. Cependant les transformations partielles qui apparaissent parfois dans ces derniers alliages sont la règle générale pour les alliages Fe-Mo et l'on observe presque toujours de larges lisérés en bordure des anciens joints austéno-ferritiques. Il nous a été facile d'expliquer la totalité de nos résultats expérimentaux grâce à deux hypothèses.

Suivant la première, des phénomènes d'adsorption modifient, à l'équilibre, la teneur en carbone du métal au voisinage des joints austéno-ferritiques : dans la bordure d'un grain de ferrite voisin d'un grain d'austénite, cette teneur est supérieure à sa valeur au centre du grain de ferrite ; on a le résultat inverse dans le grain d'austénite. Du reste nous avons été conduits à admettre que la largeur des bordures à teneur en carbone modifiée peut atteindre plusieurs microns, ce qui est très supérieur à ce que laisseraient supposer diverses considérations théoriques.

Notre deuxième hypothèse est que, dans l'essentiel, le comportement d'une région donnée d'un métal au cours de la trempe résulte seulement de la composition du métal à cet endroit et ne dépend pas de ce qui se passe dans les régions adjacentes : autrement dit, nous admettons que, dans une zone donnée, la transformation ne peut pas être induite par la croissance d'un cristal si la composition locale ne permet pas, a priori, la transformation.

Moyennant ces deux hypothèses l'existence des lisérés s'explique aisément et les doubles lisérés que l'on observe parfois se justifient de même sans difficulté.

Il est entendu que les conclusions précédentes s'appliquent essentiellement lorsque la vitesse de refroidissement au cours de la trempe est « suffisante ». Dans

le cas contraire, les phénomènes observés peuvent être plus complexes. C'est ainsi que des ferrites δ de type II à teneur en élément d'alliage peu supérieure à la limite C_1 et relativement chargées en carbone peuvent donner lieu à une transformation partielle dans les zones intergranulaires. Ce phénomène, qui disparaît lorsque la vitesse de trempe est suffisante, fait probablement intervenir, lui aussi, une adsorption intergranulaire du carbone; mais, de plus, il semble bien être accompagné par une diffusion très rapide du carbone au cours même du refroidissement. Cette diffusion explique aisément les variations de largeur de certains lisérés lorsqu'on trempe plus ou moins énergiquement des structures austéno-ferritiques.

On remarquera que, dans l'essentiel, toutes nos conclusions s'appliquent indifféremment aux alliages Fe-Cr ou Fe-Mo et des expériences sommaires ont montré qu'il en est vraisemblablement de même pour tous les alliages binaires à base de fer dont le diagramme d'équilibre présente la double boucle γ .

Remerciements

Cette étude a été réalisée en liaison avec la Société Ugine-Kuhlmann et grâce à son appui: nous tenons à exprimer notre très vive gratitude à cette Société.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) M. LACOUE et C. GOUX. — *C. R. Acad. Sci.*, **259** (1964), 1117.
- (2) M. LACOUE et C. GOUX. — *Mém. Sci. Rev. Met.*, **63** (1966), 805.
- (3) W. S. OWEN, E. A. WILSON et T. BELL. — *2d Int. Met. Symp. Univ. Califor.*, (1964), 167.
- (4) A. GILBERT et W. S. OWEN. — *Acta Met.*, **10** (1962), 45.
- (5) J. S. PASCOVER et S. V. RADCLIFFE. — *Trans. AIME*, **242** (1968), 673.
- (6) R. F. VYHNAL et S. V. RADCLIFFE. — *Acta Met.*, **15**, (1967), 1475.
- (7) J. W. CHRISTIAN (Pergamon). — *The Theory of transformation in iron metals and alloys* 1965, 601.
- (8) J. W. CHRISTIAN. — *Iron Steel Inst. Spec. Rep.*, **93** (1965), 1.
- (9) M. J. BIBBY et J. G. PARR. — *J. Iron Steel Inst.*, **202** (1964), 100.
- (10) G. R. SPEICH et P. R. SWANN. — *J. Iron Steel Inst.*, **203** (1965), 480.
- (11) R. H. GOODENOW et R. F. HEHEMANN. — *Trans. AIME*, **233** (1965), 1777.
- (12) J. H. WESTBROOK. — *Metallurgical Rev.*, **9** (1964), 415.
- (13) J. W. CAHN. — *Acta Met.*, **10** (1962), 789.
- (14) K. T. AUST, R. E. HANNEMAN, P. NIESSEN et J. H. WESTBROOK. — *Acta Met.*, **16** (1968), 291.
- (15) N. G. AINSLIE, V. A. PHILLIPS et D. TURNBULL. — *Acta Met.*, **8**, (1960), 528.
- (16) M. BRAUNOVIC, C. W. HAWORTH et R. T. WEINER. — *Met. Sci. J.*, **2** (1968), 67.
- (17) V. A. PHILLIPS. — *Acta Met.*, **11** (1963), 1139.
- (18) G. LAGERBERG et A. JOSEFSSON. — *Acta Met.*, **3** (1955), 236.
- (19) E. D. HONDROS. — *Met. Sci. J.*, **1** (1967), 36.

**SOMMAIRE DES MÉMOIRES TECHNIQUES
DU N° 5 (MAI) 1969
DE LA REVUE DE MÉTALLURGIE**

- A. KOHN, M. WANIN, J. ARNOULT, R. THOMAS, L. BACKER. — Etude de l'origine des inclusions alumineuses dans les aciers électriques.
- P. JALLAS. — Nouveaux perfectionnements dans la technique de la refusion d'électrodes consommables sous laitier (E.S.R.).
- M. CAUBO, J. MATHONET. — Caractéristiques et applications industrielles d'une nuance d'acier à 9 % Cr - 2 % Mo - V - Nb pour tubes de surchauffeurs.
- J. DOLLET, P. BASTIEN. — Détermination des microdéformations de fluage. Résultats obtenus sur les aciers A 52, 15 CD 2.05 et Z 6 CND 17-13.
- R. BOULISSET, J. DOLLET, P. BASTIEN. — Etude des faibles déformations par fluage en essais de courte durée. Influence de la limite élastique à température ambiante.
- J. BELLOT, M. HUGO, E. HERZOG. — Influence du tellure et du sélénium sur la déformabilité à chaud et à froid de quelques aciers à usinabilité améliorée.

